



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06256035 A**(43) Date of publication of application: **13.09.94**

(51) Int. Cl. **C03B 37/014**  
**C03B 20/00**  
**// G02B 6/00**

(21) Application number: **05042774**(22) Date of filing: **03.03.93**(71) Applicant: **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**

(72) Inventor: **ITO MASUMI**  
**DANZUKA TOSHIO**  
**OGA YUICHI**  
**HOSHINO SUMIO**  
**TSUCHIYA ICHIRO**

**(54) PRODUCTION OF PREFORM FOR OPTICAL FIBER****(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To obtain a preform for optical fiber having a uniform glass diameter without any remaining bubbles by heat-treating a glass fine particulate deposit in a vacuum or under reduced pressure, removing gases from the preform, then thermally shrinking the deposit at a specific temperature and subsequently transparentizing the resultant preform.

**CONSTITUTION:** This method for producing a preform for optical fiber is to include the first heating step for removing gases from the preform, the second heating step for thermally shrinking the preform at a temperature higher than that in the heating step and a lower than a vitrifying temperature and the third heating step for subsequently vitrifying the preform at the transparently vitrifying temperature in the heat treatment in a method for synthesizing a glass fine particulate deposit by a vapor synthetic method, then heat-treating the deposit in a vacuum or an atmosphere under reduced pressure and transparently vitrifying the deposit and producing the

preform for the optical fiber. Bubbles do not remain in the glass after the transparentizing according to the method and the temperature of a heating element in a divided furnace can preferably be further increased toward the lower part to afford a glass body having a uniform outside diameter.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&amp;Japio

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-256035

(43)公開日 平成6年(1994)9月13日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/014	Z			
20/00				
// G 0 2 B 6/00	3 5 6 A	7036-2K		

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平5-42774

(22)出願日 平成5年(1993)3月3日

(71)出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72)発明者 伊藤 真澄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72)発明者 弾塚 俊雄

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72)発明者 大賀 裕一

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(74)代理人 弁理士 内田 明 (外2名)

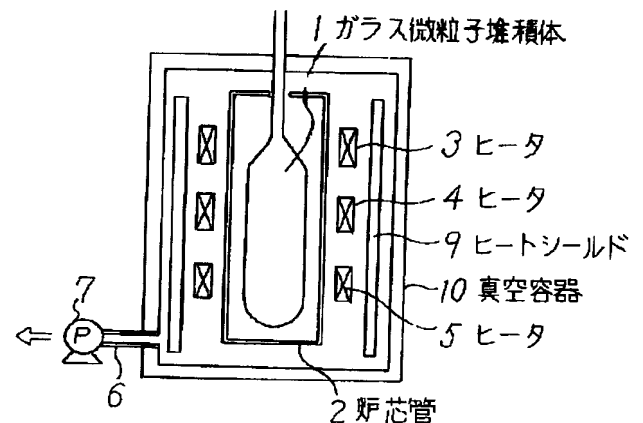
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 光ファイバ母材の製造方法

(57)【要約】

【目的】 光ファイバ母材の製造方法を提供する。

【構成】 気相合成したガラス微粒子堆積体を真空又は減圧雰囲気中で加熱透明化する方法において、該加熱処理が母材からのガスを除去する第1加熱工程、第1加熱工程より高く透明化温度より低い温度で加熱収縮させる第2工程及び透明ガラス化温度で透明化させる第3工程を含むことを特徴とする。気泡の残留がなく、透明化して得られたガラス物品の外径が長手方向に均一な良好なガラス母材を製造できる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 気相合成法によりガラス微粒子堆積体を合成し、該ガラス微粒子堆積体を真空または減圧雰囲気中で加熱処理することにより透明ガラス化して光ファイバ母材を製造する方法において、該加熱処理が母材からのガスを除去する第1の加熱工程、前記第1の加熱工程より高く透明化温度より低い温度で加熱収縮させる第2の加熱工程、及び透明ガラス化温度で透明化させる第3の加熱工程を含むことを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項2】 上記第1の加熱工程は1000℃～1300℃の温度範囲で真空度が10Pa以下に到達するまで当該加熱工程を継続することを特徴とする請求項1記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項3】 上記第2の加熱工程は10Pa以下の真空度において、1320℃～1480℃の温度を10分間～120分間保持することを特徴とする請求項1または請求項2記載の光ファイバ母材の製造方法。

【請求項4】 上記第2の加熱工程において、上記ガラス微粒子堆積体を加熱処理する発熱体は上下方向に多段に分割されてそれぞれ独立に温度を制御し、且つ下部の発熱体の温度が上部の発熱体の温度以上になるように設定されることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれかに記載される光ファイバ母材の製造方法。

【請求項5】 上記第3の加熱工程は10Pa以下の真空度において1490～1600℃の温度を1分間～60分間保持することを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれかに記載される光ファイバ母材の製造方法。

【請求項6】 上記ガラス微粒子堆積体が中心部より外周部で屈折率の低い少なくとも二重の導波路構造を持つガラスロッドの外周に、気相合成法によりガラス微粒子を堆積させてなる複合体であることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれかに記載される光ファイバ母材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は光ファイバ母材の製造方法に関し、特にそのまま光ファイバ母材とするか、光ファイバ母材製造のための中間製品となる母材の製法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 光ファイバ母材の製造方法として、気相合成法、例えば気相軸付法あるいは外付法により合成されたガラス微粒子を電気炉にて高温加熱処理することにより透明ガラス化する方法がある。従来、透明ガラス化は、常圧においてヘリウムガスあるいはハロゲンガスを微量に含んだ不活性ガスの充填した雰囲気中で加熱処理することにより行われてきた。これらの方法では、透明化の際、ガラス微粒子堆積体の粒子間に閉じ込められたガスが残留し、透明ガラス体内に気泡を生じる問題が

ある。これに対し、近年、特開昭63-21025号公報に記載されるような真空雰囲気あるいは減圧雰囲気下にて透明化する方法が提案されている。この方法では、雰囲気が減圧されるために、ガラス微粒子堆積体中のガスが脱気され、ガラス体内に気泡が残留しないことが期待される。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 従来、真空あるいは減圧雰囲気中で加熱処理する装置は、図2に示すような構成となっている。すなわち、ガラス微粒子堆積体1の周囲を囲む炉芯管2、この外側に加熱用ヒータ8が設置された均熱炉が、ヒートシールド9を挟んで真空容器10の中に入った構成となっている。真空容器10内には、脱気用配管6に接続された真空ポンプ7により減圧、真空雰囲気となる構造となっており、この上端でヒータ温度を上げることにより、炉芯管2内に挿入されているガラス微粒子堆積体1が透明化される。

【0004】 上記図2に示した加熱炉を用いて減圧、真空雰囲気中で従来法により加熱処理する一例として、図3に示す温度条件にて透明化温度（通常1550℃～1650℃）まで温度を上げ透明化したところ、期待に反し気泡が残留する場合が散見された。また透明化したガラス物品の外径が長手方向に均一とならず、図4に示す如く両端で太く中間部で細くなるような形状とってしまった。この方法で得られたガラスロッドを用いて高品質なガラス物品を製造するためには、気泡の残留を安定して減少あるいは無くすることが必要であり、且つ仕上がった透明ガラス物品を均一外径とすることが必要である。本発明はこのような要求を満足できるガラスファイバ母材の製造方法の改良をその課題とするものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決する本発明は気相合成法によりガラス微粒子堆積体を合成し、該ガラス微粒子堆積体を真空または減圧雰囲気中で加熱処理することにより透明ガラス化して光ファイバ母材を製造する方法において、該加熱処理が母材からのガスを除去する第1の加熱工程、前記第1の加熱工程より高く透明化温度より低い温度で加熱収縮させる第2の加熱工程、及び透明ガラス化温度で透明化させる第3の加熱工程を含むことを特徴とする。本発明においては、上記第1の加熱工程は1000℃～1300℃の温度範囲で真空度が10Pa以下に到達するまで当該加熱工程を継続することが特に好ましく、また上記第2の加熱工程は10Pa以下の真空度において、1320℃～1480℃の温度を10分間～120分間保持することが特に好ましく、さらに上記第2の加熱工程において、上記ガラス微粒子堆積体を加熱処理する発熱体は上下方向に多段に分割されてそれぞれ独立に温度を制御し、且つ下部の発熱体の温度が上部の発熱体の温度以上になるように設定されることが特に好ましい。また、上記第3の加熱工程

は10Pa以下の真空度において1490～1600℃の温度を1分間～60分間保持することが望ましい。

#### 【0006】

【作用】本発明者らは、ガラス微粒子堆積体を減圧雰囲気下で熱処理し、熱処理温度と真空度の変化を調べた。熱処理5時間後の真空度は図5に示すごとく、1000℃以上の条件において10Pa以下になっている。その後さらに1550℃に昇温し、透明ガラス化させるプロセスにおいて、透明ガラス体内の気泡の数と最初の熱処理温度の相関を調べた。結果を図5に示すが、最初の熱処理温度が1000℃～1300℃の場合、気泡は殆ど生じないが、この温度範囲外の場合、気泡の数は急激に増大する。ガラス微粒子堆積体からのガスの脱離は温度が高い方が速いが、温度が高いと該ガラス微粒子堆積体が収縮し、ガスが抜けにくくなる。従って1000℃以下の熱処理では脱ガス速度が遅く、気泡が残残り、1300℃以上の場合、ガスが充分抜ける前にガラス微粒子堆積体が収縮し、気泡が残ってしまうと考えられる。すなわち、ガラス微粒子堆積体を図5の実験結果が示すように、1000℃から1300℃の範囲において10Pa以下まで減圧した後、昇温し、透明ガラス化することが気泡のない透明ガラス体を得るのに重要である。

【0007】光ファイバ母材の製造において、気泡のないことと同様に重要なのが、外径が均一である点である。図6に示すごとく、本発明者等は第2ステップの温度範囲1320℃～1480℃での保持時間が外径差すなわち、「下端径－中央径」と強い相関関係があることを見出した。また、図7に示す如く第2ステップの熱処理温度と透明処理後のガラス径に相関があることがわかった。これは高温で処理した方が径方向への収縮が大きいためと考えられる。この図7の結果より、下端部の太径化を抑えるには、第2ステップの際下端部の温度を上げ、上端部の温度を下げるのが有効であると予想される。そこで、図1に示すように加熱に用いる発熱体として上下方向に多段に分割し、下部の温度を上部の温度以上にすることも可能である。この装置を用いて、温度差と外径差の関係を調べた結果を図8に示す。下部の温度を上部よりも50℃以上高くすることにより、外径差は6mm以下になることが判明した。

【0008】さらに、第3ステップの熱処理は透明化温度域である1490℃～1600℃で行うが、必要以上に長くガラス微粒子堆積体を加熱すると、ガラスが軟化しやすく、自重により垂れ下がる。そのため、必要最小限の加熱で充分であり、1分間以上60分間以内が望ましいことが判明した。

#### 【0009】

【実施例】以下、実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【実施例1】VAD法で合成した純シリカからなるガラス微粒子堆積体を本発明に従い透明化した。ガラス微粒

子堆積体の寸法は、 $\phi 200\text{mm} \times 1000\text{mm}$ のものを用了。この母材を図1に示す炉内に挿入し、1200℃まで昇温した。この時、炉内圧は20Paであったが、3時間保持したところ、3Paに達したので、上部ヒータを1330℃、中部ヒータを1400℃、下部ヒータを1470℃に昇温した。この状態を1時間保持したが、炉内圧はほぼ3Paで一定であった。引き続き1550℃まで各ヒータを昇温し15分間保持したが、真空度は3Paで一定であった。その後降温し、得られたガラス体は全長にわたり気泡の見られない良好な透明体であった。外径は全長にわたって $\phi 90\text{mm} \pm 1.2\text{mm}$ と非常に均一なものが得られた。

【0010】〔比較例1〕実施例1と同様にVAD法で合成したガラス微粒子堆積体を、図2に示す従来の構成で炉内圧を30Paに減圧し、1600℃で30分間保持し、次に冷却後炉から取り出した。この結果、直径0.1mm以下の微小気泡が全長にわたり見られ、外径は中央部が76mmと細く、下部が $\phi 90\text{mm}$ と太く変形していた。

20 【0011】〔実施例2〕実施例1と同様にVAD法で合成したガラス微粒子堆積体を用了。この母材を図1に示す炉内に挿入したが、炉内は予め800℃に昇温してある。第1ステップは1300℃で2時間保持したところ5Paまで達したので、第2ステップへ昇温を開始した。第2ステップの温度は上部1320℃、中部1390℃、下部1470℃とし、1時間保持した。引き続き第3ステップでは上部1550℃、中部1525℃、下部1500℃として、30分間保持し、降温した。この加熱過程中、炉内圧は5Paで一定であった。この結果、得られたガラス体は全長にわたり気泡が見られず、透明な良好ガラス体であった。外径は全長にわたって $\phi 90\text{mm} \pm 0.8\text{mm}$ と均一であった。

#### 【0012】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によればガラス微粒子堆積体内に存在するガスを充分に除去する条件で製造するため、透明化後のガラス内に気泡の残留がなく、またガラス微粒子堆積体の収縮が進行する温度域での加熱及び分割された炉の発熱体の温度を下部ほど上げることにより、ガラス径の均一なガラス体を得ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】は本発明の一実施態様である分割された発熱体を有する加熱炉を用いる製法を概略説明する図である。

【図2】は従来法で用いる加熱炉の概略説明図である。

【図3】は従来の加熱処理の温度条件を示すグラフ図である。

【図4】は従来法により製造された外径差のあるガラス物品の形状を説明する図である。

50 【図5】は減圧雰囲気下での熱処理における熱処理温度と到達真空度と透明ガラス体内の気泡の数の相関関係を

示すグラフ図である。

【図6】は第2ステップでの保持時間と外径差との相関関係を示すグラフ図である。

【図7】は第2ステップでの熱処理温度とガラス径との相関関係を示すグラフ図である。

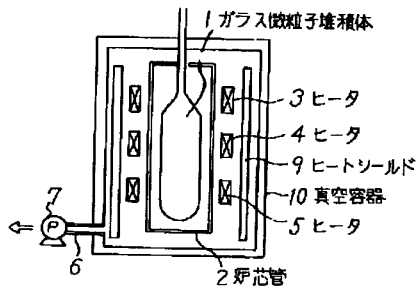
【図8】は下部温度と上部温度との温度差と外径差との \*

\* 相関関係を示すグラフ図である。

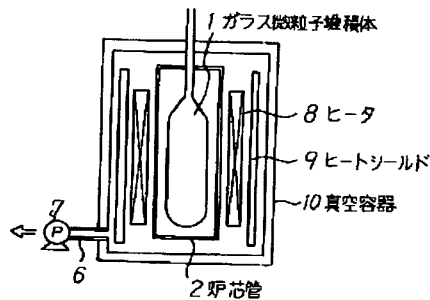
【符号の説明】

- 1 ガラス微粒子堆積体、2 炉芯管、3 ヒータ、4 ヒータ、5 ヒータ、6 脱気用配管、7 真空ポンプ、8 ヒータ、9 ヒートシールド、10 真空容器。

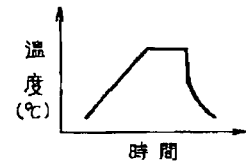
【図1】



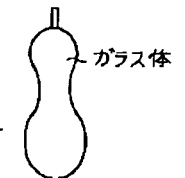
【図2】



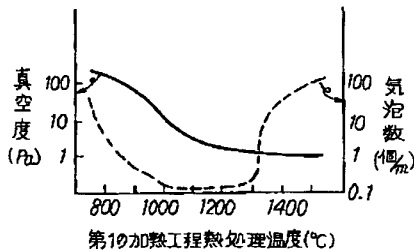
【図3】



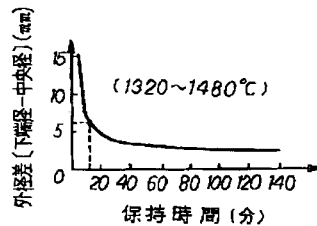
【図4】



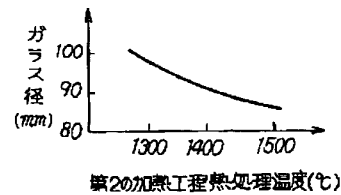
【図5】



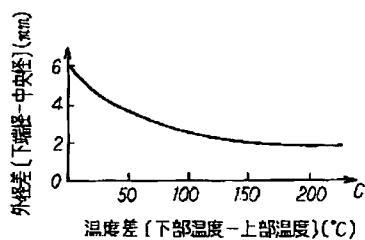
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 星野 寿美夫

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電  
気工業株式会社横浜製作所内

※ (72)発明者 土屋 一郎

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電  
気工業株式会社横浜製作所内

※